

/524206



EPO - DG 1

15 08. 2003

(72)

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 02 SEP 2003

WIPO

PCT

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 04 AOUT 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

Martine PLANCHE

**BEST AVAILABLE COPY**

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr



# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITE

26bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 Paris Cédex 08  
Téléphone: 01 53.04.53.04 Télécopie: 01.42.94.86.54

Code de la propriété intellectuelle-livre VI

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

DATE DE REMISE DES PIÈCES: 13.06.2003 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL: 0350216 DÉPARTEMENT DE DÉPÔT: 75 DATE DE DÉPÔT: 13.06.2003	Alain MICHELET CABINET HARLE ET PHELIP 7 rue de Madrid 75008 PARIS France
Vos références pour ce dossier: Q023FR	

<b>1 NATURE DE LA DEMANDE</b>			
Demande de brevet			
<b>2 TITRE DE L'INVENTION</b>			
		PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN VERRE APTE AU DEBORDAGE.	
<b>3 DECLARATION DE PRIORITE OU REQUETE DU BENEFICE DE LA DATE DE DEPOT D'UNE DEMANDE ANTERIEURE FRANCAISE</b>		Pays ou organisation	Date N°
<b>4-1 DEMANDEUR</b>			
Nom	ESSILOR INTERNATIONAL COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE		
Rue	147 rue de Paris		
Code postal et ville	94227 CHARENTON CEDEX		
Pays	France		
Nationalité	France		
Forme juridique	Société anonyme		
<b>5A MANDATAIRE</b>			
Nom	MICHELET		
Prénom	Alain		
Qualité	CPI: bm [92-1176, Pas de pouvoir		
Cabinet ou Société	CABINET HARLE ET PHELIP		
Rue	7 rue de Madrid		
Code postal et ville	75008 PARIS		
N° de téléphone	33 1 53 04 64 64		
N° de télécopie	33 1 53 04 64 00		
Courrier électronique	cabinet@harle.fr		
<b>6 DOCUMENTS ET FICHIERS JOINTS</b>		Fichier électronique	Pages Détails
Texte du brevet		textebrevet.pdf	19 D 14, R 4, AB 1
Dessins		dessins.pdf	1 page 1, figures 1
Désignation d'inventeurs			
<b>7 MODE DE PAIEMENT</b>			
Mode de paiement		Prélèvement du compte courant	
Numéro du compte client		607	

8 RAPPORT DE RECHERCHE				
Etablissement immédiat .				
9 REDEVANCES JOINTES	Devise	Taux	Quantité	Montant à payer
062 Dépôt	EURO	0.00	1.00	0.00
063 Rapport de recherche (R.R.)	EURO	320.00	1.00	320.00
068 Revendication à partir de la 11ème	EURO	15.00	17.00	255.00
Total à acquitter	EURO			575.00

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Signé par

Signataire: FR, Cabinet Harle et Phelip, A. Michelet

Emetteur du certificat: DE, D-Trust GmbH, D-Trust for EPO 2.0

Fonction

Mandataire agréé (Mandataire 1)



## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITE

### Réception électronique d'une soumission

Il est certifié par la présente qu'une demande de brevet (ou de certificat d'utilité) a été reçue par le biais du dépôt électronique sécurisé de l'INPI. Après réception, un numéro d'enregistrement et une date de réception ont été attribués automatiquement.

Demande de brevet : X

Demande de CU :

<b>DATE DE RECEPTION</b>	13 juin 2003	
<b>TYPE DE DEPOT</b>	INPI (PARIS) - Dépôt électronique	Dépôt en ligne: X
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUE PAR L'INPI</b>	0350216	Dépôt sur support CD:
<b>Vos références pour ce dossier</b>	Q023FR	

#### DEMANDEUR

Nom ou dénomination sociale	ESSILOR INTERNATIONAL COMPAGNIE GENERALE D'OPTIQUE
Nombre de demandeur(s)	1
Pays	FR

#### TITRE DE L'INVENTION

PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN VERRE APTE AU DEBORDAGE.

#### DOCUMENTS ENVOYES

package-data.xml	Requetefr.PDF	fee-sheet.xml
Design.PDF	ValidLog.PDF	textebrevet.pdf
FR-office-specific-info.xml	application-body.xml	request.xml
dessins.pdf	Indication-bio-deposit.xml	

#### EFFECTUE PAR

Effectué par:	A. Michelet
Date et heure de réception électronique:	13 juin 2003 12:23:55
Empreinte officielle du dépôt	81:88:4B:E4:AE:79:F2:C3:29:2A:EF:23:69:D8:79:84:03:4D:74:34

/ INPI PARIS, Section Dépôt /

SIEGE SOCIAL  
INSTITUT 28 bis, rue de Saint Petersburg  
NATIONAL DE 75800 PARIS cedex 08  
LA PROPRIETE Téléphone : 01 53 04 53 04  
INDUSTRIELLE Télécopie : 01 42 93 59 30

La présente invention se rapporte au domaine du débordage des verres, tout particulièrement des verres ophtalmiques.

Un verre ophtalmique résulte d'une succession d'opérations de moulage et/ou de surfaçage / polissage qui déterminent la géométrie des  
5 deux surfaces optiques convexe et concave dudit verre, puis de traitements de surface appropriés.

La dernière étape de finition d'un verre ophtalmique est l'opération de débordage qui consiste à usiner la tranche ou la périphérie du verre de façon à la conformer aux dimensions requises pour adapter le verre à la monture  
10 de lunette dans laquelle il est destiné à prendre place.

Le débordage est réalisé généralement sur une meuleuse comprenant des meules diamantées qui effectuent l'usinage tel que défini ci-dessus.

Le verre est maintenu, lors de cette opération, par des organes de blocage intervenant axialement.

15 Le mouvement relatif du verre par rapport à la meule est contrôlé, généralement numériquement, afin de réaliser la forme souhaitée.

Comme cela apparaît, il est tout à fait impératif que le verre soit fermement maintenu lors de ce mouvement.

Pour cela, avant l'opération de débordage, on effectue une opération  
20 de glantage du verre, c'est à dire que l'on vient positionner sur la surface convexe du verre un moyen de maintien ou gland.

Un patin de maintien, tel qu'une pastille autocollante, par exemple un adhésif double face, est disposé entre le gland et la surface convexe du verre.

25 Le verre ainsi équipé est positionné sur l'un des organes axiaux de blocage précités, le second organe de blocage axial venant alors serrer le verre sur sa face concave par l'intermédiaire d'une butée, généralement en élastomère.

Lors de l'usinage, un effort de couple tangentiel est généré sur le  
30 verre, ce qui peut engendrer une rotation du verre par rapport au gland si le système de maintien du verre n'est pas assez efficace.

Le bon maintien du verre dépend principalement de la bonne adhérence à l'interface patin de maintien/ surface convexe du verre.

35 Les verres ophtalmiques de dernière génération comportent le plus souvent une couche extérieure organique ou minérale qui modifie l'énergie

de surface, par exemple des revêtements hydrophobes et/ou oléophobes antisalissures.

Il s'agit le plus souvent de matériaux de type fluorosilane qui diminuent l'énergie de surface afin d'éviter l'adhérence de souillures grasses qu'il est  
5 ainsi plus facile d'éliminer.

Ce type de revêtement de surface peut être d'une efficacité telle que l'adhérence à l'interface patin/surface convexe peut s'en trouver altérée, ce qui rend difficile des opérations de débordage satisfaisantes, en particulier pour des verres en polycarbonate dont le débordage génère des efforts  
10 beaucoup plus importants que pour les autres matières.

La conséquence d'une opération de débordage mal menée est la perte pure et simple du verre.

C'est pourquoi il est avantageux de déposer sur la couche extérieure une couche protectrice temporaire conférant une énergie de surface au  
15 moins égale à  $15 \text{ mJ/m}^2$ , en particulier une couche protectrice de  $\text{MgF}_2$ , tel que cela est décrit dans la demande de brevet français n° 0106534.

Ce procédé donne globalement satisfaction, mais peut encore être amélioré. En effet, le débordage des verres dont la couche extérieure est recouverte d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  n'est souvent  
20 possible avec succès que 48 heures après le traitement du verre, c'est à dire après les dépôt des différentes couches, notamment le dépôt de la couche extérieure et de la couche protectrice. Lorsque ces verres sont débordés dans un délai inférieur à 48 heures, le système gland – patin de maintien a tendance à se décoller du verre spontanément ou sous l'effet d'un effort très  
25 faible. C'est le phénomène de « déglantage ». En pratique, il se produit lorsque le verre est retiré de la meuleuse.

L'un des objets de l'invention a donc pour but de fournir un procédé de traitement d'un verre comportant une couche extérieure organique ou minérale, en particulier une couche hydrophobe et/ou oléophobe, recouverte  
30 d'une couche protectrice provisoire de  $\text{MgF}_2$ , qui permette d'effectuer le débordage très rapidement après le dépôt des différentes couches sur le verre, par exemple après une heure.

A cet effet, l'invention concerne un procédé de traitement d'un verre ophtalmique comportant deux faces principales dont au moins une face  
35 comporte une couche extérieure organique ou minérale revêtue d'une

couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ , le procédé comprenant une étape spécifique de traitement choisie parmi les étapes suivantes :

- 5 - traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice temporaire, conduisant à la formation de  $\text{MgO}$  et/ou  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dans et/ou sur la couche protectrice temporaire ;
- dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur  
10 la couche protectrice temporaire ;
- le dépôt de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche extérieure se fait par évaporation sous vide à une vitesse inférieure à 0,5 nm/s, préférentiellement inférieure ou égale à 0,3 nm/s.

Préférentiellement, l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de  
15 calcium ou de magnésium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

Préférentiellement, l'hydroxyde métallique est l'hydroxyde de magnésium.

La couche extérieure est de préférence un revêtement de surface  
20 hydrophobe et/ou oléophobe, et en particulier un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe déposé sur un revêtement anti-reflets mono ou multicouche.

Comme indiqué précédemment, les revêtements hydrophobes et/ou oléophobes sont obtenus par application, sur la surface du revêtement anti-  
25 reflets, de composés diminuant l'énergie de surface du verre.

De tels composés ont été largement décrits dans l'art antérieur, par exemple dans les brevets US-4410563, EP-0203730, EP-749021, EP-844265, EP-933377.

Des composés à base de silanes porteurs de groupements fluorés, en  
30 particulier de groupement(s) perfluorocarbonate ou perfluoropolyéther, sont le plus souvent utilisés.

A titre d'exemples, on peut citer des composés de silazane, de polysilazane ou de silicone comprenant un ou plusieurs groupements fluorés tels que ceux cités précédemment.

Un procédé connu consiste à déposer sur le revêtement anti-reflets des composés porteurs de groupements fluorés et de groupements Si-R, R représentant un groupe —OH ou un précurseur de celui-ci, préférentiellement un groupe alcoxy. De tels composés peuvent effectuer, à la surface du revêtement anti-reflets, directement ou après hydrolyse, des réactions de polymérisation et/ou réticulation.

L'application des composés diminuant l'énergie de surface du verre est classiquement effectué par trempé dans une solution dudit composé, par centrifugation ou par dépôt en phase vapeur, notamment. Généralement, le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe a une épaisseur inférieure à 30 nm, de préférence comprise entre 1 et 20 nm, mieux comprise entre 1 et 10 nm.

L'invention est mise en oeuvre préférentiellement sur des verres comportant un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe conférant une énergie de surface inférieure à 14 mJoules/m<sup>2</sup> et mieux encore inférieure ou égale à 12 mJ/m<sup>2</sup> (les énergies de surface étant calculées selon la méthode Owens-Wendt décrite dans la référence suivante : " Estimation of the surface force energy of polymers " Owens D.K., Wendt R.G. (1969) J. APPL. POLYM. SCI, 13, 1741-1747).

La couche protectrice temporaire de MgF<sub>2</sub> est déposée directement sur la couche extérieure.

La couche protectrice peut être déposée par tout procédé classique convenable, en phase vapeur (dépôt sous vide), ou en phase liquide, par exemple par pulvérisation, centrifugation, ou trempé.

Généralement, les revêtements anti-reflets, hydrophobes et/ou oléophobes ont été déposés par évaporation, dans des cloches à vide et il est souhaitable de déposer la couche protectrice temporaire par la même technique, ce qui permet d'effectuer l'ensemble des opérations à la suite, sans manipulation excessive des verres entre les étapes.

Un autre intérêt du dépôt sous vide est d'éviter tout problème de mouillabilité dans le cas où la couche fine sur laquelle on vient déposer la couche protectrice présente des propriétés hydrophobes et/ou oléophobes.

D'une manière générale, la couche protectrice temporaire doit avoir une épaisseur suffisante pour éviter toute altération ultérieure des propriétés de la couche extérieure lors des différentes étapes de traitement du verre.

De préférence, son épaisseur est comprise entre 5 à 50 nm.



La couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  va élever l'énergie de surface du verre jusqu'à une valeur d'au moins  $15 \text{ mJoules/m}^2$ .

Elle peut être appliquée sur une zone couvrant la totalité d'au moins une des deux faces du verre ou uniquement sur la zone destinée à recevoir le contact du patin de maintien dudit verre.

Plus précisément, il est d'usage de déposer le patin de maintien, associé au gland, sur la face convexe du verre. On peut donc couvrir avec la couche protectrice la totalité de la face convexe ou, alternativement, uniquement une zone centrale de la face convexe, en utilisant un masque ou toute autre technique appropriée.

En outre, les verres comportant une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  peuvent faire l'objet de marquages au moyen d'encre diverses, communément utilisées par l'homme de l'art, pour les verres progressifs.

Comme décrit précédemment, le procédé selon l'invention comprend une étape spécifique de traitement.

Lorsque l'étape spécifique de traitement selon l'invention est un traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice temporaire, ce traitement chimique en voie liquide peut être effectué selon différents modes de réalisation.

Selon un premier mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée (par exemple de l'eau du robinet) à une température de  $30$  à  $50^\circ\text{C}$ , de préférence de  $30$  à  $40^\circ\text{C}$ .

Selon un second mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse de soude.

Lors de la mise en contact, la température de la solution aqueuse est avantageusement de  $14$  et  $40^\circ\text{C}$ , et préférentiellement de  $14$  à  $20^\circ\text{C}$ .

De préférence, la concentration molaire en soude de la solution est de  $0,01$  à  $0,1$  mole/litre et de préférence de l'ordre de  $0,02$  mole/litre.

Selon un troisième mode de réalisation préféré, le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

De même que précédemment, la température de la solution aqueuse est avantageusement de 14 à 40°C, et préférentiellement de 14 à 20°C.

De préférence, la solution d'hypochlorite de sodium a un degré chlorométrique de 0,1 à 5, de préférence de l'ordre de 1.

5 En général, dans les trois modes de réalisation décrits précédemment, la mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $MgF_2$  avec l'eau non distillée et non déionisée, ou avec la solution aqueuse de soude ou d'hypochlorite de sodium est effectuée pendant une durée au moins égale à 10 secondes, de préférence de l'ordre de 15 secondes.

10 En outre, de préférence, le traitement chimique en voie liquide comprend ultérieurement une étape de rinçage à l'eau, de préférence de l'eau déionisée ou distillée, et une étape de séchage, par exemple par soufflage d'air.

Comme énoncé précédemment, l'étape spécifique de traitement selon 15 l'invention peut également consister en un dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire. Préférentiellement, on effectue un dépôt de  $MgO$ . La technique de dépôt sera décrite dans le cas de  $MgO$ . Néanmoins, les techniques et les épaisseurs mentionnées s'appliquent 20 également aux autres oxydes métalliques et hydroxydes métalliques non fluorés de la couche protectrice temporaire. Le dépôt de  $MgO$  peut être mis en œuvre selon deux modes de réalisation préférés.

Selon un premier mode de réalisation préféré, le dépôt de  $MgO$  est effectué par transfert et comprend les étapes suivantes :

- 25
- évaporation sous vide de  $MgO$  sur un film électrostatique,
  - pose du film électrostatique sur la face du verre revêtue de la couche protectrice provisoire de  $MgF_2$ ,
  - retrait du film électrostatique,  $MgO$  restant sur  $MgF_2$ .

Le retrait du film électrostatique est généralement effectué juste avant 30 le débordage. Ainsi, entre la pose du film et son retrait, le film, outre le fait qu'il permet le transfert de  $MgO$  sur la couche protectrice provisoire, permet aussi d'assurer la protection de la couche protectrice temporaire pendant le stockage ou le transport du verre.

Selon un second mode de réalisation préféré, le dépôt de MgO sur la couche protectrice temporaire se fait par évaporation sous vide, la couche de MgO formée ayant une épaisseur comprise entre 1 et 5 nm.

Le MgO évaporé peut provenir, par exemple, d'une évaporation à partir :

- de granulés de MgO, de granulométrie de 1 à 3 mm (réf. : M-1131 de CERAC) ;
- de granulés de MgO, de granulométrie de 3 à 6 mm (réf. : M-2013 de UMICORE) ;
- 10 - de pastilles de MgO (réf. : 0481263, commercialisées par la société UMICORE).

Lorsque l'on évapore du  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , celui-ci peut être avantageusement obtenu chez ALDRICH.

D'une manière générale, le dépôt de MgO est effectué à la suite du  
15 dépôt de  $\text{MgF}_2$ . On réalise ainsi deux couches distinctes  $\text{MgF}_2/\text{MgO}$ . On peut, le cas échéant, poursuivre une partie de l'évaporation de  $\text{MgF}_2$  en débutant l'évaporation de MgO, de sorte qu'il existe alors un gradient dont la composition varie de  $\text{MgF}_2$  pur à MgO pur en surface.

Enfin, comme énoncé précédemment, l'étape spécifique de traitement  
20 peut également consister à ralentir le dépôt de couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche extérieure. Habituellement, ce type de dépôt est réalisé à une vitesse de l'ordre de 0,5 nm/s. Selon l'invention, le dépôt de la couche protectrice par évaporation sous vide est effectué à une vitesse inférieure à 0,5 nm/s, préférentiellement de l'ordre de 0,1 nm/s.

25 Comme indiqué précédemment, les verres traités par le procédé selon l'invention comprennent deux faces principales dont au moins une comporte une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ .

Selon un mode de réalisation préféré, les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice  
30 temporaire de  $\text{MgF}_2$ . En général, la première face sur laquelle sont déposés les différentes couches est la face concave. La couche de  $\text{MgF}_2$  permet alors de protéger cette face pendant le traitement de la seconde face.

Lorsque les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice de  $\text{MgF}_2$ , l'étape de traitement spécifique

selon l'invention est de préférence effectuée sur chacune des faces principales.

Après les différentes opérations de traitement du verre, en particulier après le débordage du verre, la couche protectrice temporaire est éliminée.

5 L'étape d'élimination de la couche protectrice temporaire peut être effectuée soit en milieu liquide, soit par action mécanique, tel que frottement, essuyage à sec, soit encore par une mise en oeuvre successive de ces deux moyens.

10 A la fin de l'étape d'élimination de la couche protectrice temporaire, le verre présente des caractéristiques optiques et de surface du même ordre, voire quasiment identiques à celles du verre initial, comportant le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe.

La présente invention concerne également une lentille ophtalmique comprenant une couche d'un revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, une  
15 couche protectrice temporaire de  $MgF_2$  déposée sur ledit revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, caractérisée en ce qu'une couche d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré est déposée sur la couche protectrice de  $MgF_2$ .

20 Les oxydes et hydroxydes métalliques non fluorés sont choisis de préférence parmi ceux décrits précédemment, et en particulier l'hydroxyde métallique non fluoré est l'hydroxyde de magnésium.

Le revêtement hydrophobe et/ou oléophobe est tel que défini précédemment et la couche extérieure est de préférence déposée sur un revêtement anti-reflets, en particulier multi-couches.

25 L'invention concerne également une lentille ophtalmique telle que définie ci-dessus comprenant un film électrostatique recouvrant la couche d'oxyde et/ou d'hydroxyde métallique non fluoré et aisément séparable comme décrit précédemment.

30 De préférence, la couche recouverte par le film électrostatique est une couche de  $MgO$ .

La présente invention est illustrée par les exemples suivants, qui se réfèrent notamment à la figure 1, qui représente le temps de tenue d'un patin collé à un verre sous jet d'eau, en fonction du temps écoulé depuis le dépôt de la couche extérieure et de la couche protectrice.

5

### Exemples

On cherche à tester l'effet de l'étape spécifique de traitement selon l'invention sur l'opération de débordage des verres, en particulier sur le  
10 phénomène de déglantage.

Les dépôts sont effectués sur des substrats qui sont des verres ophtalmiques à base de CR39®, comportant, sur leurs deux faces, un revêtement anti-abrasion de type polysiloxane correspondant à l'exemple 3 de la demande de brevet EP614957. Les verres sont lavés dans une cuve de  
15 nettoyage avec ultra sons, étuvés pendant 3 heures minimum à une température de 100°C. Ils sont alors prêts à être traités.

Les verres traités sont des verres ronds.

### **1. Préparation des verres**

20 **1.1 Préparation de verres comportant un revêtement antireflets et hydrophobe/oléophobe**

La machine de traitement sous vide utilisée est une machine Balzers BAK760 équipée d'un canon à électrons, d'un canon à ions de type  
25 « end-Hall » Mark2 Commonwealth et d'une source d'évaporation à effet Joule.

Les verres sont placés sur un carrousel pourvu d'ouvertures circulaires destinées à recevoir les verres à traiter, la face concave exposée vers les sources d'évaporation et le canon à ions.

30 On effectue un tirage au vide jusqu'à l'obtention d'un vide secondaire.

Ensuite, on procède à une évaporation successive, avec le canon à électrons, de 4 couches optiques anti-reflets haut indice(HI), bas indice(BI), HI, BI :  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ .

35 Finalement, on dépose une couche de revêtement hydrophobe et oléophobe par évaporation d'un produit de marque OPTOOL DSX (composé

comprenant des motifs perfluoropropylène), commercialisé par la société DAIKIN.

Une quantité déterminée d'Optool DSX est placée dans une capsule en cuivre de diamètre 18 mm, elle-même disposée dans un creuset à effet  
5 joule (creuset tantale).

On dépose par évaporation une épaisseur de 1 à 5 nm de revêtement hydrophobe et oléophobe.

Le contrôle de l'épaisseur déposée est effectué par balance à quartz.

### 10 1.2 Dépôt de la couche protectrice temporaire

On procède ensuite à l'évaporation de la couche de protection.

Le matériau déposé est un composé de formule  $MgF_2$ , de granulométrie 1–2,5 nm, commercialisé par la Société Merck.

15 L'évaporation est effectuée au canon à électrons.

L'épaisseur physique déposée est de 20 nm, à une vitesse de dépôt de 0,52 nm/s .

Le contrôle de l'épaisseur déposée est effectuée par balance à quartz.

20 Ensuite, on procède au réchauffage de l'enceinte et remise à l'atmosphère de la chambre de traitement.

Les verres sont alors retournés et leur face convexe orientée vers la zone de traitement. La face convexe est traitée de manière identique à la face concave (en reproduisant les étapes 1.1 et 1.2 ci dessus).

25

### 1.3 Etape spécifique de traitement

Les verres subissent alors une étape spécifique de traitement selon  
30 l'invention choisie parmi les étapes suivantes :

- eau chaude non déionisée et non distillée
- solution aqueuse d'hypochlorite de sodium
- solution aqueuse de soude
- transfert de  $MgO$  à partir d'un film électrostatique
- 35 - évaporation de  $MgO$  directement sur la couche temporaire de  $MgF_2$ .

a) eau chaude (non déionisée et non distillée)

Les verres sont mis sous l'eau chaude du robinet, de température égale à 40°C, pendant 15 secondes.

5 Puis ils sont rincés à l'eau distillée, et soufflés à l'air comprimé.

b) Solution aqueuse d'hypochlorite de sodium

Les verres sont plongés pendant 15 secondes dans un récipient en Pyrex® contenant 1 litre d'eau distillée de température égale à 40°C et 20 mL d'extrait de Javel à 48 degrés chlorométriques.

10

Puis les verres sont rincés à l'eau distillée et soufflés à l'air comprimé.

c) solution aqueuse de soude

Les verres sont plongés pendant 15 secondes dans un Pyrex contenant 1 litre d'eau distillée de température égale à 40°C et 40 mL de soude à 0,5 mol.L<sup>-1</sup>.

15

Puis les verres sont rincés à l'eau distillée et soufflés à l'air comprimé.

d) transfert de MgO à partir d'un film électrostatique

20 On évapore sous vide, au moyen d'un canon à électrons, une couche de MgO à partir de pastilles de MgO (référence 0481263) de la société UMICORE sur des films électrostatiques de copolymère à base de PVC (poly(chlorure de vinyle)), d'épaisseur 100/μm, fournis par la société SERICOM PLASTOREX. Ces films sont sous forme de disques de diamètre

25

compris entre 38 et 50 mm. Les films électrostatiques recouverts de MgO sont déposés sur la face convexe des verres.

Au moment du débordage, les films sont retirés. Une couche de MgO reste sur la couche protectrice de MgF<sub>2</sub>.

30

e) évaporation de MgO directement sur la couche temporaire de MgF<sub>2</sub>

On évapore sous vide, au moyen d'un canon à électrons, une couche de MgO (à partir de pastilles de MgO (référence 0481263) de la société UMICORE), d'épaisseur égale à 2 nm, directement sur la couche de protection de MgF<sub>2</sub>.

35

## 2. Tests de déglantage

### 2.1 Principe

5

On réalise un test de déglantage sous jet d'eau des verres préparés. Ce test est plus simple et plus rapide à exécuter que le débordage des verres. Il est également plus « dur » que le débordage réel des verres. Néanmoins, il permet de classer les résultats de façon très discriminante.

10

On utilise comme patin de maintien une pastille autocollante double face, de marque 3M.

Le patin est collé manuellement sur le gland.

L'ensemble gland + patin est collé manuellement sur la face convexe de chaque verre.

15

Le verre est mis sous l'eau du robinet (eau de ville), dont la température n'est pas contrôlée, pendant au plus 5 minutes. Le débit est de 6 litres/minute. La distance entre le verre et le bec du robinet est de 20 cm environ.

20

Alternativement, on effectue une rotation manuelle du verre, et une inclinaison afin que l'eau entre par la tranche et également le trou central du gland.

Si l'ensemble gland + patin tombe avant 5 minutes (ce qui correspond au phénomène de déglantage), on note le temps pendant lequel l'ensemble est resté collé sur le verre.

25

Si après 5 minutes l'ensemble gland + patin n'est pas tombé, on note le pourcentage de surface de patin restée encore collée. Cela est bien visible en transmission en regardant le verre du côté concave sous éclairage néon.

### 2.2 Tests et résultats

30

#### a) Test 1

35

On mesure le temps de tenue de l'ensemble gland + patin sous le jet d'eau, en fonction du temps écoulé depuis la fin du traitement du verre, c'est-à-dire depuis le dépôt des différentes couches et l'étape spécifique de traitement.



Les résultats sont représentés sur la figure 1.

Les mesures sont faites pour un verre n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement (courbe 1), et pour un verre ayant subi l'étape spécifique de traitement par la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium (courbe 2).

En abscisse est représenté le temps écoulé depuis la fin du traitement du verre. En ordonnée est représenté le temps de tenue du patin sous le jet d'eau, en secondes.

On voit qu'après une heure, le verre ayant subi l'étape spécifique de traitement atteint un temps de tenue du patin de 300 secondes, alors qu'il faut deux semaines au verre n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement pour atteindre le même temps de tenue.

#### b) Test 2

On réalise les mesures de temps de tenue pour des verres n'ayant pas subi une étape spécifique de traitement selon l'invention, et pour des verres ayant subi une étape spécifique de traitement selon l'invention. Les mesures sont réalisées à différents temps T après la fin du traitement du verre.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau 1.

Tableau 1

Etape spécifique de traitement	DEGLANTAGE SOUS JET D'EAU		
	T = 1 heure	1 h < T < 2 semaines.	T > 2 semaines
Aucune	déglantage après 10 s à 1 min sous le jet d'eau	Déglantage après 10 s à 5 min sous le jet d'eau	pas de déglantage après 5 min sous le jet d'eau
eau chaude du robinet, ou solution aqueuse de soude, ou solution aqueuse d'hypochlorite de sodium	Non	Non	Non
Transfert de MgO	Non	Non	Non
Evaporation de MgO	Non	Non	Non

Les résultats du tableau 1 montrent que l'étape spécifique de traitement selon l'invention supprime complètement le phénomène de déglantage.

5

c) Test 3

Dans ce test, l'étape spécifique de traitement par la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium telle que décrite précédemment a été réalisée sur la moitié seulement de la surface des verres.

10 Ainsi, les verres ont été immergés par moitié dans un Pyrex contenant la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

Après 15 secondes environ sous le jet d'eau, les patins collés sur la moitié de la surface des verres n'ayant pas subi l'étape spécifique de traitement sont complètement décollés.

15 Après 5 minutes sous le jet d'eau, les patins collés sur la moitié de la surface des verres ayant subi l'étape de traitement spécifique sont restés collés à 100%.

Le même résultat est obtenu dans le cas où l'étape spécifique de traitement se fait avec la solution aqueuse de soude.

20

## REVENDECATIONS

1. Procédé de traitement d'un verre ophtalmique comportant deux  
5 faces principales dont au moins une face comporte une couche extérieure  
organique ou minérale revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ ,  
caractérisé en ce que le procédé comprend une étape spécifique de  
traitement choisie parmi les étapes suivantes :

- 10 - traitement chimique en voie liquide de la couche protectrice  
temporaire, conduisant à la formation d'une couche de  $\text{MgO}$  et/ou  
 $\text{Mg}(\text{OH})_2$  dans et/ou sur la couche protectrice temporaire ;
- dépôt d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un  
hydroxyde métallique non fluoré sur la couche protectrice temporaire  
par transfert de celui-ci ou de ceux-ci à partir d'un film électrostatique  
15 ou par évaporation sous vide de celui-ci ou de ceux-ci directement sur  
la couche protectrice temporaire ;
- le dépôt de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  sur la couche  
extérieure se fait par évaporation sous vide à une vitesse inférieure à  
0,5 nm/s, préférentiellement inférieure ou égale à 0,3 nm/s.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la couche  
extérieure est un revêtement de surface hydrophobe et/ou oléophobe.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisée en ce que la couche extérieure a une épaisseur inférieure à  
30 nm, de préférence comprise entre 1 et 20 nm, mieux comprise entre 1 et  
25 10 nm.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisée en ce que la couche extérieure est déposée sur un revêtement  
anti-reflets.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisée en ce que le  
30 revêtement anti-reflet est multi-couches.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisé en ce que la couche protectrice temporaire a une épaisseur  
comprise entre 5 et 50 nm.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,  
35 caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une

étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée à une la température de 30 à 50°C, de préférence de 30 à 40 °C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse de soude.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend une étape de mise en contact de la couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec une solution aqueuse d'hypochlorite de sodium.

10. Procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce que la température de la solution aqueuse est de 14 à 40°C.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que la température de la solution aqueuse est de 14°C à 20°C.

12. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la concentration molaire en soude de la solution aqueuse est de 0,01 à 0,1 mole/litre.

13. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que le degré chlorométrique de la solution aqueuse d'hypochlorite de sodium est de 0,1 à 5.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 13, caractérisé en ce que la mise en contact de la couche temporaire de  $\text{MgF}_2$  avec de l'eau non déionisée et non distillée, ou avec une solution aqueuse de soude ou d'hypochlorite de sodium est effectuée pendant une durée au moins égale à 10 secondes, de préférence de l'ordre de 15 secondes.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 14, caractérisé en ce que le traitement chimique en voie liquide comprend ultérieurement une étape de rinçage à l'eau, de préférence de l'eau distillée ou déionisée, et une étape de séchage.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de magnésium, l'oxyde de calcium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'hydroxyde métallique est l'hydroxyde de magnésium.

18. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que le dépôt de MgO par transfert comprend les étapes suivantes :

- 5       - évaporation sous vide de MgO sur un film électrostatique,
- pose du film électrostatique sur la face du verre revêtue de la couche protectrice provisoire de  $\text{MgF}_2$ ,
- retrait du film électrostatique, MgO restant sur  $\text{MgF}_2$ .

10       19. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que le dépôt de MgO se fait par évaporation sous vide de MgO, la couche de MgO formée ayant une épaisseur comprise entre 1 et 5 nm.

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les deux faces principales comportent une couche extérieure revêtue d'une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$ .

15       21. Lentille ophtalmique comprenant une couche d'un revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, une couche protectrice temporaire de  $\text{MgF}_2$  déposée sur ledit revêtement hydrophobe et/ou oléophobe, caractérisée en ce qu'une couche d'au moins un oxyde métallique non fluoré et/ou d'au moins un hydroxyde métallique non fluoré est déposée sur la couche  
20       protectrice de  $\text{MgF}_2$ .

22. Lentille ophtalmique selon la revendication 20, caractérisée en ce que l'oxyde métallique est choisi parmi l'oxyde de calcium, l'oxyde de praséodyme, l'oxyde de cérium ou un mélange de deux ou plus de ces oxydes.

25       23. Lentille ophtalmique selon la revendication 21 ou 22 caractérisée en ce que l'hydroxyde métallique non fluoré est l'hydroxyde de magnésium.

24. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 23, caractérisée en ce que la couche de revêtement hydrophobe et/ou oléophobe a une épaisseur inférieure à 30 nm, de préférence comprise entre  
30       1 et 20 nm, et mieux comprise entre 1 et 10 nm.

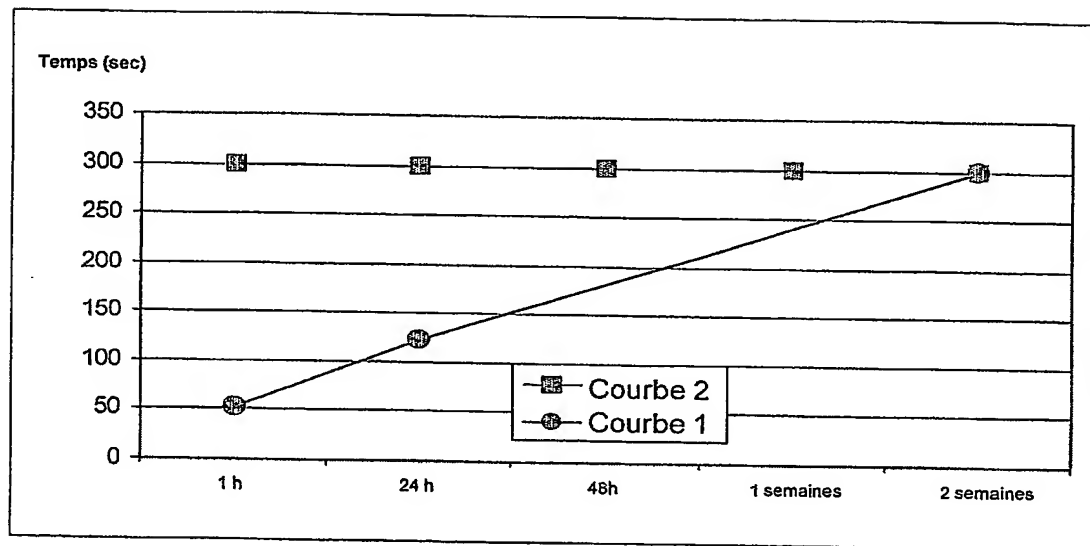
25. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 24, caractérisée en ce que la couche extérieure est déposée sur un revêtement anti-reflets, préférentiellement multi-couches.

26. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21  
35       à 25, caractérisée en ce qu'elle comprend un film électrostatique sur la

couche d'oxyde métallique non fluoré et/ou d'hydroxyde métallique non fluoré.

27. Lentille ophtalmique selon l'une quelconque des revendications 21 à 26, caractérisée en ce que l'oxyde métallique est MgO.

Figure 1





## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITE

### Désignation de l'inventeur

Vos références pour ce dossier	Q023FR
N°D'ENREGISTREMENT NATIONAL	0350216
TITRE DE L'INVENTION	
	PROCEDE DE TRAITEMENT D'UN VERRE APTE AU DEBORDAGE.
LE(S) DEMANDEUR(S) OU LE(S) MANDATAIRE(S):	
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S):	
Inventeur 1	
Nom	LACAN
Prénoms	Pascale
Rue	18, rue Amelot
Code postal et ville	75011 PARIS
Société d'appartenance	
Inventeur 2	
Nom	CONTE
Prénoms	Dominique
Rue	99, rue des Clefmonts
Code postal et ville	52100 SAINT DIZIER
Société d'appartenance	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.